

Reproductibilité du prélèvement par des impacteurs en cascade de particules ultrafines (PUF) métalliques

E. Pardieu¹, V. Matera¹, J.M. Elcabache¹, D. Rousset¹, Y. Morele², F. Bonthoux²

¹ Département Métrologie des Polluants, INRS, 1 rue du Morvan, F-54500 Vandoeuvre, France

² Département Ingénierie des Procédés, INRS, 1 rue du Morvan, F-54500 Vandoeuvre, France

*Courriel de l'orateur : elodie.pardieu@inrs.fr

TITLE

Reproducibility of cascade impactor sampling apply to metallic ultrafine particles

ABSTRACT

Collecting particles in function of their aerodynamic diameter is carried out by low pressure cascade impactors (DLPI+). These systems allow the determination by gravimetric analysis of the supports of the mass size distribution of the generated aerosols. In order to assess the reproducibility of the sampling and to determine the influence of various parameters such as the greasing of the collection media and the loading rate in the case of aerosols of ultrafine metallic particles, two automated facilities have been used. The first one is based on welding fume generation (BFS) and the second on thermal spraying generation (BPT). The first results show a difference in the size distribution and reproducibility of the aerosol in function of the method of the process used. The advantage of greasing the supports is also demonstrated.

RESUME

La collecte des particules en fonction de leur diamètre aérodynamique est réalisée par le biais des impacteurs en cascade basse pression (DLPI+). Ces systèmes permettent de déterminer via l'analyse gravimétrique des supports la distribution granulométrique en masse des aérosols générés. Afin d'évaluer la reproductibilité du prélèvement et de déterminer l'influence de divers paramètres tels que le graissage des supports de collecte, ainsi que le taux de chargement dans le cas d'aérosols de particules métalliques ultrafines, deux bancs d'essais automatisés ont été utilisés. L'un concerne la génération de fumées de soudage (BFS) et le deuxième est un banc de projection thermique (BPT). Les premiers résultats obtenus lors des essais montre une différence de distribution granulométrique et de reproductibilité de l'aérosol en fonction du procédé utilisé. L'intérêt du graissage des supports est également objectivé.

KEYWORDS: nanoparticles, aerosols, distribution, impactor, DLPI+ / **MOTS-CLES :** nanoparticules, aérosols, distribution, impacteur, DLPI+

1. INTRODUCTION

Les impacteurs en cascade basse pression permettent de collecter des particules en fonction de leur diamètre aérodynamique et donc de déterminer, par gravimétrie, la distribution granulométrique d'aérosols mono ou polydispersés dans des gammes submicroniques. Ces outils sont une aide précieuse puisque, au-delà de la détermination de la distribution d'un aérosol à l'échelle nanométrique, ils permettent de collecter des échantillons pouvant être ensuite caractérisés par le biais d'analyses complémentaires (analyses chimiques ou microscopiques). Cette caractérisation de la composition physique et chimique des aérosols est un réel apport en matière de compréhension des effets des particules ultrafines, notamment sur la santé et permet aussi d'orienter des solutions de préventions techniques (transfert, filtration).

Les principaux artefacts connus de ce type de prélèvements sont les phénomènes de rebond des particules, leur entraînement (« blow off ») en cas de surcharge sur le support d'impaction et les phénomènes de dépôts sur les parois. Ces phénomènes si ils ne sont pas maîtrisés (ou évalués) nuisent à la reproductibilité des prélèvements. Dans le cadre de cette étude, la reproductibilité de prélèvements de PUFs métalliques sur impacteur DLPI+ (DEKATI) sera testée sur deux bancs de génération qui permettent de produire en quantité suffisante des PUFs métalliques dans des conditions représentatives d'environnements rencontrés en milieu industriel (fumées de soudage et projection thermique).

2. MATERIELS ET METHODES

2.1. Génération des aérosols d'essai

Deux bancs d'essais automatisés ont été utilisés pour ces essais.

A/ Banc de fumées de soudage (BFS) : Les essais présentés ont tous été effectués avec un générateur de soudage SAF PRO (Air Liquide) utilisant un mélange de gaz Ar/CO₂ 82%/18% (M21, ATAL5).

Le fil utilisé pour ces essais est un fil inox FILINOX 316LSI (Fe 50-60% ; Cr 10-25% ; Ni 10-15% ; Mn 1-3% ; Si 0.3-1% ; Mo 1-5% ; Cu < 0.3%). Les cordons de soudure sont réalisés sur des éprouvettes en acier standard brutes dégraissées. Pour chaque essai, deux éprouvettes sont utilisées : l'éprouvette, sur laquelle le cordon de soudure est réalisé, est positionnée au-dessus d'une éprouvette martyre. Les éprouvettes sont changées entre chaque essai (éprouvettes recyclées pour les expériences graissage et pulvérisation).

Le déplacement de la pièce et de la torche est assuré par un système de déplacement 2D (Figure 1). L'ensemble est installé dans une enceinte dont la partie basse est équipée d'une grille perforée permettant la compensation de l'air extrait en partie haute (Figure 2). La sonde de prélèvement est placée dans ce flux d'air extrait (débit d'extraction $\approx 210 \text{ m}^3/\text{h}$) et est reliée à un flow splitter 1-4 voies (PALAS). L'ensemble du système (commande et information du générateur de soudage, système de déplacement, métrologie des débits de gaz protecteur,...) est supervisé par une application Labview.

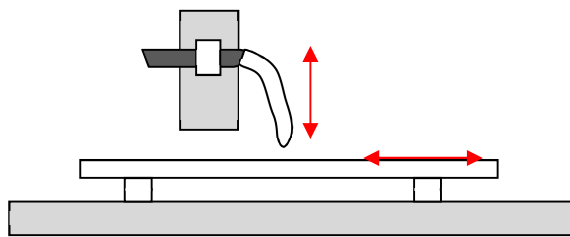


Figure 1. Système déplacement du banc de soudage (F. Bonthoux, INRS)

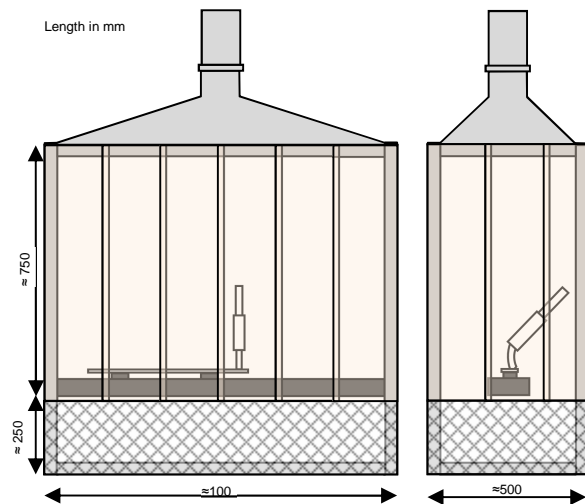


Figure 2. Enceinte du banc de soudage (F. Bonthoux, INRS)

B/ Banc de projection thermique (BPT) : banc entièrement automatisé utilisant un procédé de projection thermique à l'arc électrique. Les essais ont été effectués avec un alliage Zn/Al (85%/15%). Ce dernier a fait l'objet de nombreux travaux pour lesquels la caractérisation des aérosols produits est désormais connue (Bemer *et al* 2010 et 2013). La sonde de prélèvement (diamètre interne $\approx 15 \text{ mm}$) est introduite au centre de la gaine d'extraction et est reliée à un flow splitter 1-4 voies (PALAS).

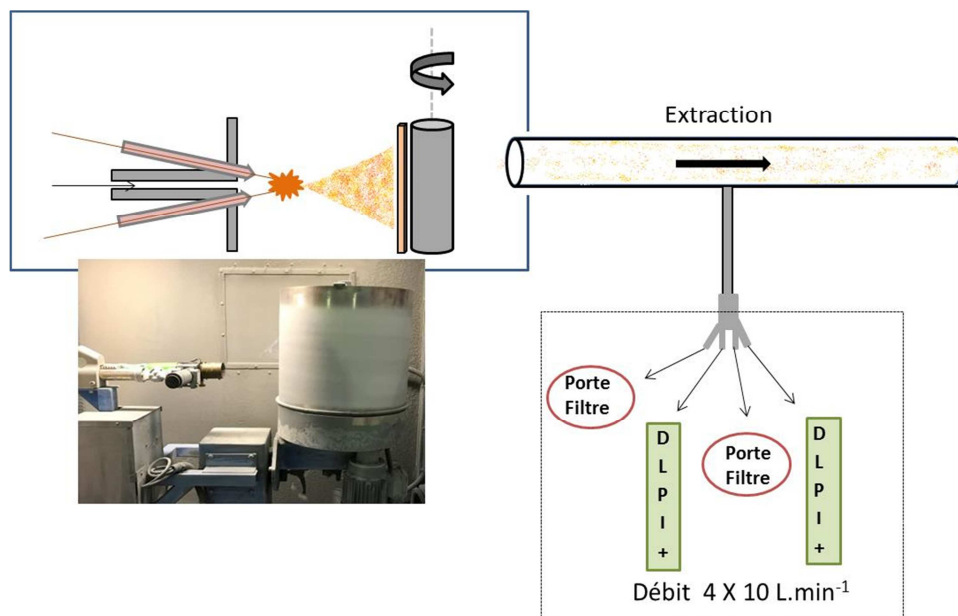


Figure 3. Schéma du banc de projection thermique

2.2. Impacteur et préparation des supports de collecte (graissage)

Le DLPI + (DEKATI) est un impacteur en cascade basse pression pour le prélèvement et la classification en taille de tous types d'aérosols entre 0,006 μm et 10 μm sur 15 canaux. Les aérosols sont collectés sur des substrats de 25 mm de diamètre. Le DLPI+ est compatible avec tous les types de substrats (filtre à fibres, membrane, feuille d'aluminium) ; ici les membranes en PVC ont été choisies. Le débit nominal de prélèvement est de 10 $\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$. Afin de limiter le phénomène de rebond des particules, les supports (membranes PVC) sont graissés avec une graisse de vaseline (Apiezon-L, DEKATI). La masse de graisse déposée sur les supports d'impaction a été déterminée par pesée afin de minimiser le phénomène de rebond des particules et ainsi d'assurer une efficacité de collecte correcte (selon Pak *et al* (1992) la hauteur de graisse nécessaire est estimée à 1 μm soit 162 μg par support). Les supports ont été préalablement lavés (Triton) afin d'éliminer les charges électrostatiques.

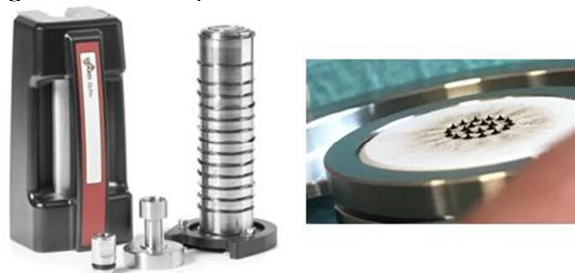


Figure 4. DLPI+ et exemple de support prélevé

2.3. Détermination de la distribution des aérosols

L'analyse gravimétrique des supports permettra d'établir la distribution ainsi que la concentration massique totale de l'aérosol en sommant la concentration des particules métalliques obtenue pour chaque étage.

Quatre voies de prélèvement sont donc disponibles sur chaque banc (figure 3) : deux voies pour deux DLPI+ et deux voies reliées à un porte-filtre inox 47 mm (filtre PVC 47 mm lavé triton, non graissé, taré) permettant de collecter la totalité de l'aérosol sur un seul support pour un contrôle des quantités générées.

L'influence du splitter a été évaluée à partir d'essais effectués sur banc de soudage (8 essais) et ne montre pas de différence statistiquement significative entre les moyennes des essais en fonction de la voie du splitter au niveau de confiance de 95.0%.

3. RESULTATS

Les résultats présentés Figure 5 montre une linéarité de la masse totale collectée sur l'impacteur en fonction de la quantité d'aérosol émis.

De plus, l'influence du graissage des supports est observée à partir d'une masse totale de PUFs métalliques collectée comprise entre 2.4 et 3 mg (bande grisée sur la figure).

Notons que la préconisation en matière de masse la plus importante pouvant être collectée sur un même support est de 1 mg. Trois supports dépassent cette consigne : soit un support sur les essais BPT/40min/SG, BTP/40 min/SNG et BFS/28min/SNG (la masse maximale atteinte étant de 1.24 mg pour l'essai BPT/40min/SNG).

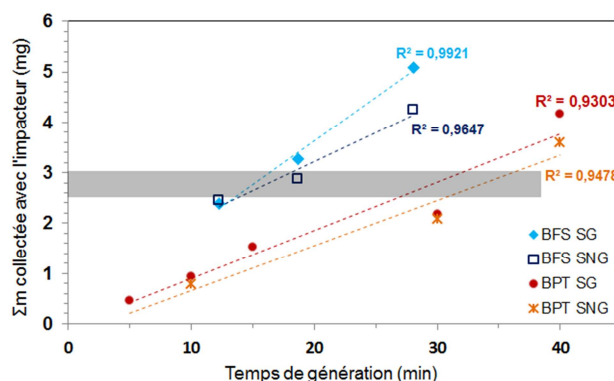


Figure 5. Masse totale collectée sur les supports graissés ou non graissés (SG ou SNG) du DLPI+ en fonction du temps et du mode de génération (BPT ou BFS).

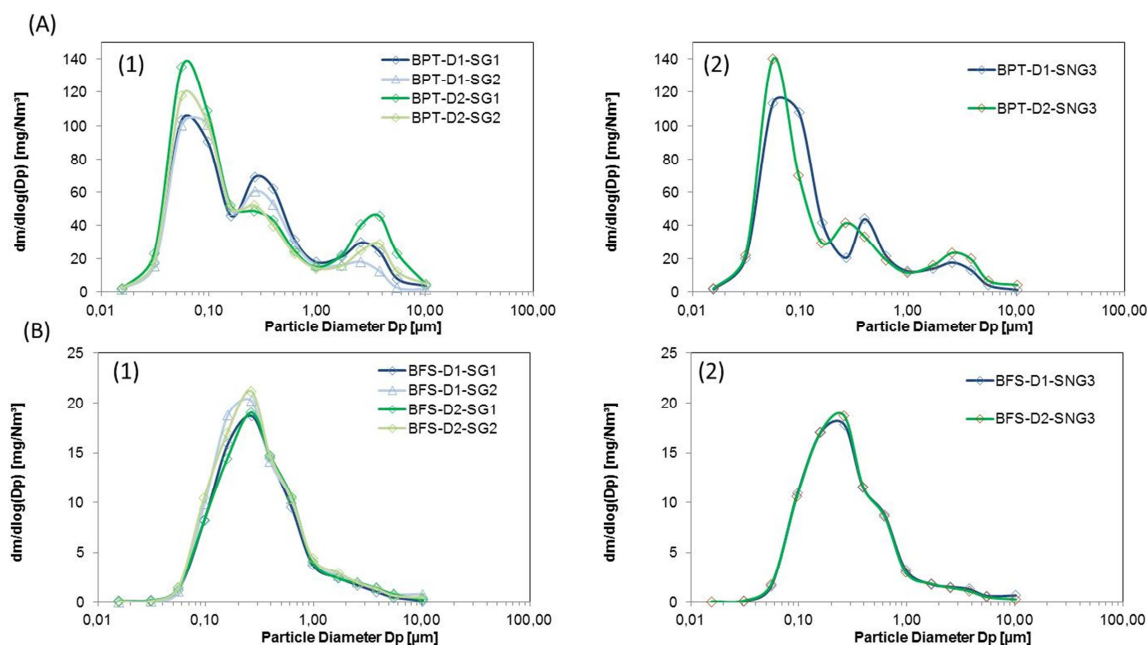


Figure 6. Distribution des aérosols selon le DLPI+ utilisé (D1 ou D2), le mode de génération (BPT (A) ou BFS (B)) et le graissage des supports (SG (1) ou SNG (2))

Les aérosols générés sont polydispersés dans le cas du BPT (centrés sur 3 modes) ce qui n'est pas le cas de l'aérosol généré au BFS. On observe un léger effet « DLPI », le banc BFS est plus reproductible que le BPT dans des conditions de chargement des supports équivalentes. Le graissage des supports semble également limiter le rebond des particules des étages supérieurs vers les étages inférieurs de l'impacteur (des diamètres aérodynamiques élevés vers les faibles diamètres).

L'évaluation quantitative des dépôts sur les parois du DLPI sera menée ultérieurement. Elle permettra ainsi de quantifier les pertes sur les parois et donc de préciser l'efficacité du graissage des supports. Une première approche par lavage suivie d'une filtration ou par essuyage des supports a été menée sur des prélèvements effectués sur banc de projection thermique et montre que l'essuyage semble être plus efficace (Durand *et al* 2014) ; en effet, les dépôts analysés par essuyage sur des prélèvements sur supports non graissés sont 20 % supérieurs à ceux analysés par lavage/filtration.

Des analyses par microscopie électronique à balayage seront également effectuées sur des prélèvements DLPI+ munis de supports en polycarbonate précarbonés. Ces mêmes supports pourront être utilisés en vue d'analyse par SP-ICPMS (Single Particule – Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry).

4. CONCLUSION

Les résultats des premiers essais effectués sur les deux bancs de génération semblent démontrer une très bonne reproductibilité du banc de « fumées de soudage » et mettent également en évidence l'intérêt du graissage des supports. Ce constat est donc vraisemblablement applicable aux prélèvements par impacteur des aérosols rencontrés dans des secteurs où les expositions sont proches de celles observées en projection thermique ou fumées de soudage (oxycoupage, découpe laser, etc...), autant de secteurs où les opérateurs sont exposés à des PUFs pour lesquelles il est indispensable de cerner et caractériser davantage les expositions potentielles.

Bémer D., Régner R., Subra I., Sutter B., Lecler M.T., Morele Y. (2010) Ultrafine Particles Emitted by Flame and Electric Arc Guns for Thermal Spraying of Metals. *Annals of Occupational Hygiene*, 54(6): 607-614.

Bémer D., Subra I., Morele Y., Charvet A., Thomas D. (2013) Experimental study of granular bed filtration of ultrafine particles emitted by a thermal spraying process. *Journal of Aerosol Science*, 63: 25-37.

Park C.-W., Kim G., Yook S.-J., Ahn K.-H. (2015) Investigation of collection efficiency of round-nozzle impactors at different atmospheric pressures and temperatures. *Advanced Powder Technology*, 26(3): 868-873.

Durand T., Bau S., Morele Y., Matera V., Bémer D., Rousset D. (2014) Quantification of Low Pressure Impactor Wall Deposits during Zinc Nanoparticle Sampling. *Aerosol and Air Quality Research*, 14(7): 1812-1821.